

10/539803

JC05 Rec'd PCT/PTO 20 JUN 2005

DOCKET NO.: 273903US0PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Eric DALLIES, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/FR03/03717

INTERNATIONAL FILING DATE: December 15, 2003

FOR: REINFORCING POLYOLEFIN FIBER, USE AND PRODUCTS COMPRISING THE FIBER

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119  
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
France	02 16438	20 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/FR03/03717. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

*Surinder Sachar*

\_\_\_\_\_  
Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)

Best Available Copy



PCT/FR 03/03717

REC'D	01 MAR 2004
WIPO	PCT

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 29 DEC. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété Industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

#### DOCUMENT DE PRIORITÉ

RÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)



INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

### REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

(Important) Remplir impérativement la 2ème page.

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 5-40 v. 1995/90

REPRISE DES PIÈCES		Remise à l'INPI	
DATE 75 INPI PARIS B		LIEU 0216438	
N° D'ENREGISTREMENT		NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE	
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE	
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE		CARDIN-Elise et/ou MULLER René	
PAR L'INPI		SAINT-GOBAIN RECHERCHE	
		39, quai Lucien Lefranc	
		F-93300 AUBERVILLIERS	
		FRANCE	
Vos références pour ce dossier (facultatif) EC8 2002079 FR			
Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<input checked="" type="checkbox"/> NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		N°	Date / /
		N°	Date / /
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale		<input type="checkbox"/>	Date / /
		N°	
<b>3. TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)			
FIBRE DE RENFORCEMENT EN POLYOLEFINE, UTILISATION ET PRODUITS COMPRENNANT LA FIBRE			
<input checked="" type="checkbox"/> DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date / / N°	
		Pays ou organisation Date / / N°	
		Pays ou organisation Date / / N°	
		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>4. DEMANDEUR</b>		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		SAINT-GOBAIN MATERIAUX DE CONSTRUCTION	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Adresse	Rue	18, avenue d'Alsace	
	Code postal et ville	92400	COURBEVOIE
Pays		FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			

**BREVET D'INVENTION  
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2**

REMISSÉE DES PIÈGES		Reservé à l'INPI
DATE	75 INPI PARIS B	
LEU	0216438	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		

DD 540 V / 1986/3

<b>6 MANDATAIRE</b>	
Nom <b>CARDIN</b>	
Prénom <b>Elise</b>	
Cabinet ou Société <b>SAINT-GOBAIN RECHERCHE</b>	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel <b>422-5/S.006</b>	
Adresse	Rue <b>39, quai Lucien Lefranc</b>
	Code postal et ville <b>93300 AUBERVILLIERS</b>
N° de téléphone (facultatif) <b>01.48.39.59.61</b>	
N° de télécopie (facultatif) <b>01.48.34.66.96</b>	
Adresse électronique (facultatif)	
<b>7 INVENTEUR (S)</b>	
Les inventeurs sont les demandeurs	
<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>	
Établissement immédiat ou établissement différé	
<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Paiement échelonné de la redevance	
Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>	
Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention ( <i>joindre un avis de non-imposition</i> ) <input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt ( <i>joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention au indiquer sa référence</i> )	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suites», indiquez le nombre de pages jointes	
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>	
<b>Elise CARDIN</b> Pouvoir N°422-5/S.006	
<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>	
W. ROCHE	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
 Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

5

## FIBRE DE RENFORCEMENT EN POLYOLEFINE, UTILISATION ET PRODUITS COMPRENANT LA FIBRE

La présente invention se rapporte au domaine des matériaux à prise hydraulique, et plus particulièrement des produits à base de liant hydraulique et de fibres.

Ces produits peuvent se présenter notamment sous la forme d'articles façonnés en plaques tels que des plaques planes ou ondulées pour élément de couverture ou de construction, comme des plaques de toiture ou de façade, mais aussi sous d'autres formes notamment creuses ou tubulaires.

De tels articles peuvent être fabriqués par une technique de filtration d'une suspension aqueuse comprenant un liant à prise hydraulique, des fibres d'armature et éventuellement de charges. Un procédé couramment utilisé reposant sur cette technique est connu sous le nom de procédé Hatschek : une suspension aqueuse très diluée est contenue dans une cuve équipée de moyens pour assurer une distribution homogène des constituants dans le volume de la cuve ; un tambour filtrant plonge partiellement dans la cuve, et sa rotation entraîne le dépôt à sa surface d'une fine pellicule de matières (fibres et liant hydraté) ; cette pellicule est entraînée par un feutre vers un cylindre format sur lequel elle s'enroule continûment ; lorsque la pellicule a atteint l'épaisseur souhaitée, on la coupe de façon à dérouler du cylindre une feuille individuelle de matériau à prise hydraulique. La feuille peut alors être mise sous la forme d'un produit façonné et acquiert ses caractéristiques définitives par durcissement du liant. Un produit d'épaisseur supérieure peut être obtenu en superposant un nombre approprié de feuilles, et en les pressant pour assurer la cohésion de l'ensemble.

En tant que fibres utilisées pour former l'armature de la pellicule filtrée, on a longtemps utilisé l'amiante dont les fibres ont la propriété de se disperser dans la suspension aqueuse sans former d'agglomérats nuisibles à la régularité du procédé, et sont même capables de « s'ouvrir » dans le milieu aqueux pour ainsi

constituer à la surface du tambour un réseau filtrant très enchevêtré capable de retenir les particules de liant hydraulique, y compris les fines, avec un très bon rendement de filtration. Les fibres d'amiante ont en outre de bonnes propriétés de résistance mécanique en traction qui participent aux propriétés mécaniques du produit final principalement sollicité en flexion. Les fibres d'amiante ont donc une double fonction d'armature (au sens de la formation d'un réseau filtrant) et de renforcement (qui contribuent aux propriétés mécaniques finales). L'amiante est en outre un matériau très compétitif du point de vue du coût.

Toutefois, ce matériau tend à être écarté de la fabrication d'une grande variété de produits de consommation courante et du domaine de la construction pour des raisons tenant à la santé publique.

C'est pourquoi il existe une demande pour un matériau de substitution ne présentant pas les inconvénients de l'amiante.

Or, à ce jour, il n'a pas été possible de trouver un matériau fibreux naturel ou synthétique capable de jouer le même rôle que l'amiante, c'est-à-dire alliant l'aptitude à la filtration, des propriétés mécaniques et la résistance au milieu alcalin des masses à prise hydraulique.

Les fibres de cellulose se révèlent adaptées pour constituer une armature de filtration des particules de liant minéral, mais se montrent insuffisantes du point de vue du renfort mécanique.

Les fibres de verre ont une résistance mécanique intrinsèque, mais sont généralement sensibles à l'attaque par le milieu alcalin de la matrice minérale hydratée, ce qui impose de modifier la matrice par des additifs destinés à protéger le verre et/ou d'utiliser des verres alcali-résistants adaptés à ces environnements agressifs. Mais ces solutions impliquent un surcoût non négligeable.

Les fibres de poly(alcool vinylique) PVA ou de polyacrylonitrile PAN sont également envisagées comme fibres de renforcement, en complément d'éventuelles fibres de filtration, mais présentent elles aussi un inconvénient économique lié au coût de la matière première.

Les fibres de polypropylène seraient de bonnes candidates en tant que fibres de renforcement, car elles sont peu onéreuses et douées d'une résistance mécanique importante. Cependant, elles manifestent un effet de renforcement assez médiocre dans une matrice de liant minéral à prise hydraulique, à cause

d'une faible affinité du matériau oléfinique lipophile pour les matrices hydratées hydrophiles.

De nombreuses tentatives ont été effectuées pour améliorer cette interaction.

Ainsi, on a cherché à modifier le polypropylène au moyen d'additifs  
5 organiques ou minéraux introduits dans la masse du polymère.

Cette modification se traduit inévitablement par une élévation du coût de la matière première fibreuse, et a une influence non négligeable sur les propriétés intrinsèques des fibres, notamment un affaiblissement des caractéristiques mécaniques.

10 Une autre voie de modification consiste en des traitements de surface tels que texturation, sablage, effet corona... Ces solutions compliquent considérablement le procédé de fabrication des fibres et ne sont généralement pas intéressantes sur le plan économique.

La présente invention se propose de fournir une fibre de renforcement pour  
15 des produits à prise hydraulique, qui a de bonnes propriétés de renforcement tout en restant peu onéreuse.

L'invention repose sur le fait qu'une simple modification de la surface exposée des fibres par un ensimage permet d'améliorer efficacement et durablement l'interaction entre les fibres et la matrice. La quantité de matière  
20 apportée par l'ensimage étant minime par rapport au poids de fibres, cette modification se fait sans augmenter le coût du matériau fibreux de manière substantielle.

A cet égard, l'invention a pour objet une fibre selon la revendication 1.

Selon l'invention les propriétés superficielles des filaments constituant la fibre de polyoléfine sont modifiées par un ou plusieurs agents d'ensimage apportant une triple fonction, d'assistance au fibrage, de mouillabilité par la composition à base de liant hydraulique, et de promoteur d'adhésion à la matrice à prise hydraulique.

Dans la présente demande, le terme « fibrage » désigne de manière générale la fabrication de la fibre de polyoléfine, à partir du filage de la matière fondue, en passant par l'étirage, jusqu'à la coupe de fils coupés.

La fonction d'assistance au fibrage consiste à faciliter la constitution de la fibre de polyoléfine à partir de filaments de polyoléfine à au moins un stade du fibrage : il s'agit notamment de lubrifier les filaments pour améliorer leur prise en

d'une faible affinité du matériau oléfinique lipophile pour les matrices hydratées hydrophiles.

De nombreuses tentatives ont été effectuées pour améliorer cette interaction.

Ainsi, on a cherché à modifier le polypropylène au moyen d'additifs organiques ou minéraux introduits dans la masse du polymère.

Cette modification se traduit inévitablement par une élévation du coût de la matière première fibreuse, et a une influence non négligeable sur les propriétés intrinsèques des fibres, notamment un affaiblissement des caractéristiques mécaniques.

Une autre voie de modification consiste en des traitements de surface tels que texturation, sablage, effet corona... Ces solutions compliquent considérablement le procédé de fabrication des fibres et ne sont généralement pas intéressantes sur le plan économique.

La présente invention se propose de fournir une fibre de renforcement pour des produits à prise hydraulique, qui a de bonnes propriétés de renforcement tout en restant peu onéreuse.

L'invention repose sur le fait qu'une simple modification de la surface exposée des fibres par un ensimage permet d'améliorer efficacement et durablement l'interaction entre les fibres et la matrice. La quantité de matière apportée par l'ensimage étant minime par rapport au poids de fibres, cette modification se fait sans augmenter le coût du matériau fibreux de manière substantielle.

A cet égard, l'invention a pour objet une fibre de polyoléfine pour le renforcement de produits à base de fibres et d'une masse à prise hydraulique, caractérisée en ce qu'elle comporte un ensimage porteur d'une fonction d'assistance au fibrage, d'une fonction de mouillabilité de la fibre par la composition de la masse à prise hydraulique, et d'une fonction de promoteur d'adhésion à la masse à prise hydraulique. Selon l'invention les propriétés superficielles des filaments constituant la fibre de polyoléfine sont modifiées par un ou plusieurs agents d'ensimage apportant une triple fonction.

Dans la présente demande, le terme « fibrage » désigne de manière générale la fabrication de la fibre de polyoléfine, à partir du filage de la matière fondu, en passant par l'étirage, jusqu'à la coupe de fils coupés.

La fonction d'assistance au fibrage consiste à faciliter la constitution de la fibre de polyoléfine à partir de filaments de polyoléfine à au moins un stade du fibrage : il s'agit notamment de lubrifier les filaments pour améliorer leur prise en

charge par les organes de transport et d'assemblage du fil à différents stades de la fabrication des fibres, de minimiser les charges électrostatiques portées par les filaments en vue de permettre leur rassemblement en un fil, ou d'assurer la cohésion ou l'intégrité du fil constitué par le rassemblement des filaments.

5 La fonction de mouillabilité par la composition à base de liant hydraulique consiste à faciliter la dispersion des fibres de polyoléfine dans la matrice, découlant de la bonne dispersion du matériau fibreux dans le mélange initial de liant et d'eau à partir duquel est fabriqué le produit. Cette fonction fait principalement appel à la polarité de surface du matériau fibreux pour le rendre hydrophile.

10 La fonction de promotion d'adhésion à la matrice à prise hydraulique consiste à renforcer l'interaction entre le renfort fibreux et la matrice du produit durci. Cette dernière fonction fait également appel à la présence de groupes fonctionnels polaires en surface des fibres.

15 Ces fonctions peuvent être apportées par un ou plusieurs agents choisi(s) parmi des lubrifiants, des antistatiques, des tensioactifs, des composés à chaîne grasse et des polymères à fonctions polaires, dans lesquels un lubrifiant peut être un composé à chaîne grasse, de même qu'un tensioactif peut être un composé à chaîne grasse ou qu'un antistatique peut être un polymère à fonctions polaires.

20 Il a ainsi été constaté de manière tout à fait inattendue que des agents ou des mélanges notamment lubrifiants ou antistatiques ou tensioactifs, que l'on pourrait destiner naturellement à une utilisation comme agents de filage de matières textiles non nécessairement synthétiques, permettent de conférer à des fibres oléfiniques des propriétés de renfort de produits à base de liant hydraulique tout à fait considérables.

25 L'ensimage peut comprendre des polyalkylène-glycols aux propriétés lubrifiantes, en particulier polyéthylène glycol ou polypropylène glycol.

Au titre des tensioactifs, on considère des tensioactifs non ioniques ou ioniques, anioniques ou cationiques.

30 L'ensimage comprend avantageusement des composés aminés ou polyaminés, phosphoriques ou polyphosphoriques, phosphates ou polyphosphates aux propriétés antistatiques, où la fonction amine ou phosphorique peut avoir un effet promoteur d'adhésion par complexation des ions

calcium de la masse à prise hydraulique, tendant à créer une interaction forte entre la fibre et la matrice.

Les composés à chaîne grasse sont typiquement des composés comportant une chaîne hydrocarbonée éventuellement substituée d'au moins 9 atomes de carbone, notamment de 10 à 24 atomes de carbone, qui peut en particulier être dérivée d'huiles naturelles, telle que l'huile de coco, de palme... Ils peuvent être à base d'alcools gras, d'éthers d'alcools gras, d'acides gras, d'esters d'acides gras, d'amides d'acides gras, où la chaîne grasse est de préférence en C<sub>10</sub>-C<sub>24</sub>. Ils sont le cas échéant (poly)alkoxylés, notamment (poly)éthoxylés ou (poly)propoxylés, ou dérivés du glycérol.

Ces composés ont l'avantage d'avoir une partie hydrocarbonée ayant une bonne affinité avec la matière polyoléfinique de la fibre, alors qu'une autre partie du composé peut être fonctionnalisée pour apporter une fonction requise.

Ainsi l'ensimage peut comprendre un agent polyfonctionnel qui est un produit de combinaison de radicaux fonctionnels (notamment lubrifiants ou antistatiques précités) avec des résidus à chaîne grasse, dérivée notamment d'huile naturelle, pour apporter conjointement plusieurs des fonctions visées dans l'invention. Ces résidus peuvent être à base d'alcools gras, d'éthers d'alcools gras, d'acides gras, d'esters d'acides gras, où la chaîne grasse est de préférence en C<sub>10</sub>-C<sub>24</sub>.

Ainsi, on envisage en particulier des polyalkylène glycols dérivés d'acides gras, où la chaîne grasse est avantageusement issue ou dérivée d'une huile naturelle. On envisage également des amines grasses, des esters d'acide phosphorique sur base de chaîne grasse, des esters d'acides gras à fonction ammonium quaternaire (esterquats dérivés d'acides gras et de triéthanolamine) où la chaîne grasse est avantageusement issue ou dérivée d'huile naturelle.

On envisage également des amides polyéthoxylés, sur base ou non d'acides gras.

Le ou les agents d'ensimage peuvent également être choisis parmi les polymères à fonctions polaires, notamment hydrodispersibles ou en émulsion, de type oléfinique modifié par des groupements polaires par copolymérisation ou par greffage après synthèse. A titre d'exemple on peut citer un polymère (en particulier une polyoléfine) halogéné(e), tel que du polypropylène chloré, ou une polyoléfine greffée par un groupement polaire notamment de type époxyde, telle que du polypropylène greffé avec du glycidylméthacrylate.

Les fibres de polyoléfine sont de préférence en polyéthylène ou en polypropylène, plus particulièrement en polypropylène.

La polyoléfine n'a pas besoin d'être modifiée par des additifs organiques ou minéraux en vue de la rendre compatible avec la matrice à prise hydraulique; cette fonction étant assurée par l'ensimage. Néanmoins, pour des applications particulières, il peut être envisagé d'incorporer des additifs ou des charges modificatrices, notamment des additifs hydrophiles, dans la matrice. En outre, tous les additifs ou charges utilisés couramment pour le fibrage de la polyoléfine, en particulier ceux destinés à faciliter le filage, peuvent être contenus.

Un effet de renforcement particulièrement avantageux a été constaté avec des fibres de polyoléfine de relativement faible section, exprimée par un titre de l'ordre de 0,5 à 10 dtex, plus avantageusement de 0,5 à 2 dtex.

La section des fibres est non nécessairement circulaire et peut affecter une forme irrégulière ou multilobale.

Dans un mode de réalisation particulièrement avantageux, la fibre de polyoléfine a une ténacité élevée, d'au moins 4 cN/dtex, de préférence d'au moins 5 cN/dtex, très préférentiellement d'au moins 7 cN/dtex, et en particulier de 8 à 9 cN/dtex. Cette gamme de ténacité peut être atteinte en réglant le procédé de filage et d'étrorage de la polyoléfine de manière appropriée. Une matière polyoléfinique de base peut être spécifiquement choisie avec une distribution des masses moléculaires adaptée.

Les fibres se présentent généralement sous forme de fil coupé à une longueur de l'ordre de 2 à 20 mm, en particulier de 5 à 10 mm.

La quantité totale d'agent(s) d'ensimage présent(s) sur la fibre est généralement de l'ordre de 0,05 à 5 % en poids de matière sèche par rapport au poids de polyoléfine, notamment de l'ordre de 0,1 à 2 % en poids.

Le ou les agents d'ensimage peuvent être appliqués sur la fibre de polyoléfine en une ou plusieurs fois au cours du procédé de filage de la fibre, en sortie de filière, pendant son transport, à l'étrorage, à la coupe et/ou en reprise sur de la fibre déroulée d'une bobine de fil de polyoléfine.

Le ou chaque ensimage peut être appliqué sous forme d'un liquide pur ou à partir d'une solution, dispersion ou émulsion aqueuse ou à base d'un autre véhicule adapté, notamment à base aqueuse avec un co-solvant organique, de préférence polaire, par aspersion ou passage dans un bain.

Dans le cas de l'utilisation d'une composition aqueuse ou à base d'un autre véhicule, la concentration de la composition est avantageusement de l'ordre de 0,5 à 50 % de matières sèche par rapport au poids total de la composition. La concentration sera avantageusement faible lorsque l'ensimage est appliqué par pulvérisation.

La présente invention a également pour objet l'utilisation d'une fibre telle que décrite précédemment en tant que fibre de renforcement dans un produit à base de fibres et d'une masse à prise hydraulique, ainsi qu'un produit ainsi constitué.

La masse à prise hydraulique est constitué à partir d'un liant à prise hydraulique, choisi principalement parmi les différents ciments existants, éventuellement additivés de charges inertes ou actives.

Parmi les charges et additifs, on peut mentionner des additifs de rhéologie (dispersants, plastifiants, superplastifiants, flocculants), des charges minérales (silice, cendres volantes, laitiers, pouzzolanes, carbonates), ainsi que des fibres de support ou d'armature pour des procédés de filtration ou d'égouttage (fibres naturelles, notamment de cellulose, ou synthétiques).

Les fibres selon l'invention sont efficaces en tant que renforcement en des proportions qui n'ont pas à être augmentées par rapport à des fibres plus chères, c'est-à-dire de l'ordre de 0,2 à 5 % en poids de fibres de renforcement par rapport au poids total sec de mélange initial.

Ce produit peut avoir des formes variées, de préférence une forme de plaque plane ou ondulée.

L'invention a également pour objet un procédé de fabrication d'un tel produit. Suivant ce procédé, on prépare un mélange initial à base de liant hydraulique, 25 d'eau et de fibres, on filtre le mélange sur un support fixe ou en mouvement pour former une feuille élémentaire humide, on superpose éventuellement une pluralité de feuilles élémentaires pour former un produit intermédiaire humide et on fait sécher la feuille ou le produit intermédiaire humide.

L'invention a enfin pour objet une composition pour matériau à prise hydraulique comprenant un liant hydraulique et des fibres telles que décrites précédemment. Ces compositions peuvent être des préparations cimentaires à mettre en suspension pour procédé d'égouttage, ou des préparations cimentaires pour mortiers comprenant des particules dont du sable pour autres procédés de mise en forme.

L'invention va maintenant être décrite de façon non limitative dans les exemples suivants.

#### EXEMPLE 1

On fabrique une fibre de polypropylène de 0,75 dtex de titre, en appliquant  
5 sur les filaments un ensimage contenant un mélange de produits de marque  
SILASTOL vendus par la société SCHILL&SEILACHER et qui sont des émulsions.

L'ensimage contient :

- 80% en poids du produit ayant la référence Cut5A et qui est à base d'ester de polyglycol dérivé d'acide gras
- 10 - 20 % en poids du produit ayant la référence Cut5B et qui est à base de phosphate d'alcool gras.

L'ensimage est appliqué au filage sur les filaments de polypropylène en sortie de filière, à raison de 0,3% en poids d'extrait sec par rapport au poids sec de polypropylène.

15 Le fil constitué par les filaments de polypropylène rassemblés, est transporté par les moyens connus des procédés de fabrication de fibre textile, puis étiré, avant d'être coupé en tronçons de 6,6 mm.

Cette fibre possède une ténacité supérieure à 9 cN/dtex.

20 L'adhésion de cette fibre à une matrice cimentaire a été qualifiée par un essai de laboratoire dans lequel une fibre est enrobée par un mortier en laissant les extrémités de la fibre libres, le mortier est soumis à une cure puis on tire sur les extrémités de la fibre en mesurant la force de traction et le déplacement du/de(s) point(s) de traction. La force maximum avant déchaussement de la fibre permet de déterminer la contrainte d'adhésion, tandis que la pente de la courbe 25 donnant la force en fonction du déplacement au point correspondant au déchaussement de la fibre permet de déterminer la contrainte de glissement qui est caractéristique de l'adhésion entre les fibres et la matrice.

Les détails de préparation sont les suivants :

30 On prépare un mortier contenant 500 g de ciment CPA 52.5, 500 g de sable fin ( $D_{50}=254\mu\text{m}$  selon ASTM E.11/70), 98 g de carbonate de calcium et 250 g d'eau.

On met en place une fibre tendue sur un moule parallélépipédique, en centrant bien la fibre, et on moule le mortier autour de la fibre sans casser la fibre. On place le moule dans un sac étanche.

La cure est conduite pendant 48 h à 20 °C et 95% d'humidité relative dans une enceinte de mûrissement pour la prise du mortier. On démoule ensuite le contenu des moules et on les place avec un peu d'eau dans un sac thermo-scellé maintenu à 40°C. On procède aux mesures le 7<sup>ème</sup> jour, c'est-à-dire après 5 jours 5 à 40°C.

Les résultats sont consignés dans le Tableau 1 suivant.

#### EXEMPLE COMPARATIF 1

A titre de comparaison, on réalise le même essai de traction sur fibre, avec une fibre de polypropylène de 2,7 dtex commercialisée en tant qu'anti-fissurant du béton, commercialisée sous la marque CRACKSTOP par la société SIKA. Ces fibres n'assurent pas un renforcement structurel du béton, elles limitent les fissurations au retrait et augmentent la résistance aux chocs et l'imperméabilité du matériau durci.

Les résultats sont consignés dans le Tableau 1 suivant.

#### 15 EXEMPLE 2

On réalise le même test de traction sur une fibre de polypropylène de 1 dtex et de 8 mm de longueur, de moyenne ténacité (environ 5 cN/dtex), obtenue par un procédé de filage-étirage en une étape et contenant un ensimage de filage de référence SYNTHESIN 7292 commercialisé par la société Dr. BOEHME, à raison 20 de 0,4 % en poids de matière sèche par rapport au poids de polyoléfine.

L'ensimage comprend des composés ester de polyéthylène glycol d'acide gras et ester d'acide phosphorique sur base d'huile naturelle.

Les résultats sont consignés dans le Tableau 1 suivant

Exemple	Contrainte d'adhésion (MPa)	Contrainte de glissement (MPa)
1	0,26	0,16
2	0,44	> 0,60
Comp. 1	0,20	0,19

Tableau 1

25 Ces résultats montrent une meilleure adhésion à la matrice des fibres des exemple 1 et 2, avec en outre une amélioration de la contrainte de glissement pour la fibre de l'exemple 2.

Des comparaisons avec d'autres fibres commerciales pour béton telles que les fibres DIMAPOS de ISTROCHEM, SIRIOFIBRE de PROIND, ISOCRETE,

FIBERLOCK de ETRURIA, DAIWABO POLYPRO de DAIWABO, MERAKLON, montrent des résultats du même ordre que ceux de l'exemple comparatif 1.

#### EXEMPLES 3 à 14

Ces exemples illustrent l'application de différentes fibres de polypropylène selon l'invention à la fabrication d'un produit cimentaire par filtration. Les produits ont été fabriqués par une méthode de laboratoire-reproduisant assez fidèlement les caractéristiques principales des produits obtenus par des méthodes industrielles telles que la technique Hatschek.

On prépare une composition cimentaire sur la base de la matrice cimentaire suivante :

Composants	Masse (en g)
ciment CPA (95% clinker)	79,2
carbonate de calcium	15,5
cellulose Pinus Radiada	3,5
fibres de polypropylène	1,8
floculant BASF AE70	400 ppm
total	100

mise en suspension avec un large excès d'eau.

On la filtre à travers une grille métallique pour former une couche unitaire d'environ 1 mm d'épaisseur. Six couches unitaires sont superposées et soumises à un cycle de pressage pour obtenir un matériau contenant avant prise environ 50% d'eau en poids par rapport au poids de ciment, et une épaisseur d'environ 6 mm.

Ce matériau de laboratoire subit une cure de 6 jours à 40°C dans un sac étanche, avant d'être découpé en éprouvette de 20 mm de large et de longueur supérieure à 200 mm, lesquelles éprouvettes sont mises dans l'eau froide pendant 24 heures pour être sollicitées mécaniquement en traction.

Les fibres testées ont les caractéristiques suivantes :

#### EXAMPLE 3

Cet exemple utilise la même fibre de moyenne ténacité qu'à l'exemple 2.

#### EXAMPLE 4

Cet exemple utilise la même fibre de haute ténacité qu'à l'exemple 1, à l'exception d'un titre supérieur, qui s'élève à 1 dtex.

#### EXAMPLE 5

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 4 à ceci près qu'elle est obtenue par application d'un post-ensimage, en sortie d'étirage avant-la-coupe. Ce post-ensimage est à base d'un mélange lubrifiant et antistatique commercialisé sous la référence KB 144/2 par la société COGNIS. Il est appliqué à raison de 0,9% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène.

#### EXEMPLE 6

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 5 à ceci près que le post-ensimage est à base d'un polypropylène chloré commercialisé par la société Eastman. Il est appliqué à raison de 0,6% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène.

#### EXEMPLE 7

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 5 à ceci près que le post-ensimage est à base d'un polypropylène greffé au glycidyl méthacrylate. Il est appliqué à raison de 1% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène.

#### EXEMPLE 8

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 7 avec un autre polypropylène greffé au glycidyl méthacrylate.

#### EXEMPLE 9

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 4 à ceci près qu'elle est obtenue avec un ensimage de filage à base d'un ester de polyéthylèneglycol dérivé d'acide gras commercialisé sous la référence STANTEX S6077 par la société COGNIS, appliqué à raison de 0,5% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène. Elle comporte aussi un post-ensimage est à base d'un polypropylène chloré, qui est appliqué à raison de 1,2% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène.

#### EXEMPLE 10

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 30 9 à ceci près que le post-ensimage est à base du polypropylène greffé au glycidyl méthacrylate de l'exemple 7. Il est appliqué à raison de 1% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène.

#### EXEMPLE 11

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 10 avec un post-ensimage à base du polypropylène greffé au glycidyl méthacrylate de l'exemple 8.

#### EXEMPLE 12

5 Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 4 à ceci près qu'elle est obtenue avec un ensimage de filage à base de surfactants non ioniques et d'esterquats commercialisé sous la référence STANTEX S6087/4 par la société COGNIS, appliqué à raison de 0,5% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène. Elle comporte aussi un 10 post-ensimage identique à l'ensimage de filage, qui est appliqué à raison de 1% en poids de matière sèche par rapport au poids de polypropylène.

#### EXEMPLE 13

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 12 à ceci près qu'elle est obtenue avec application d'un ensimage de filage et d'un 15 post-ensimage à base du même produit commercial vendu sous la référence SYNTHESIN 7292 par la société Dr BOEHME utilisé précédemment dans l'exemple 2.

#### EXEMPLE 14

Cet exemple utilise une fibre de haute ténacité similaire à celle de l'exemple 20 12 à ceci près qu'elle est obtenue avec application d'un ensimage de filage et d'un post-ensimage à base du même produit sous la référence KB 144/2 par la société CÔGNIS utilisé précédemment dans l'exemple 5.

#### EXEMPLE COMPARATIF 2

A des fins de comparaison, on réalise les mêmes essais mécaniques avec 25 des produits de laboratoire où les fibres de polypropylène sont remplacées par une fibre de PVA de 2,2 dtex et de 6 mm de longueur, avec une ténacité de 12 cN/dtex, commercialisée par Sichuan.

#### EXEMPLE COMPARATIF 3

A des fins de comparaison, la fibre de PP utilisée dans l'exemple comparatif 30 1 a été utilisée pour des essais mécaniques dans les produits de laboratoire.

Les tests de traction ont été effectués en installant les éprouvettes entre les mors d'une machine de traction avec une distance entre mors de 200 mm. Le test de traction est réalisé à une vitesse d'écartement de 1,2 mm/min.

On trace la courbe force - déplacement qui a une allure typique des résultats observés avec des produits obtenus par la technique de Hatschek.

— Au début du déplacement la force augmente rapidement; puis on observe un plateau où la force évolue lentement correspondant à la multifissuration de l'éprouvette jusqu'à l'apparition d'une macrofissure, après quoi la force chute par effet de glissement pendant l'ouverture de la macrofissure.

La longueur du plateau de multifissuration reflète l'effet de renforcement de la plaque par l'ensemble des fibres. La pente de la courbe force - déplacement dans cette dernière partie du test permet de déterminer la contrainte de glissement qui est caractéristique de l'adhésion entre chaque fibre et la matrice cimentaire. La contrainte de glissement a été calculée en appliquant un facteur de correction de l'orientation des fibres de manière aléatoire de 0,64.

Les résultats des essais sont regroupés dans le Tableau 2 suivant.

Exemple	Longueur du plateau de multifissuration (en mm)	Contrainte de glissement (en MPa)
3	> 10	> 1,3
4	3	0,35
5	6	0,6
6	11	> 1,5
7	9	> 1
8	9	> 1,5
9	11	> 1,5
10	10	> 1,3
11	11	> 1,2
12	12	> 1,3
13	12	> 1,1
14	10	> 1,3
comp. 2	7	> 1,5
comp. 3	< 0,2	< 0,2

Tableau 2

Il ressort de ces résultats que l'on obtient avec les exemples 4 et 5 bien meilleures qu'avec la fibre Crackstop de l'exemple comparatif 3.

On obtient selon les exemples 3 et 6 à 14 des performances d'adhésion à la matrice du même ordre ou même meilleures qu'avec le PVA avec une matière de base (polypropylène) bien moins onéreuse.

#### EXEMPLES 15 et 16

5 Ces exemples illustrent l'application des fibres de polypropylène selon l'invention à la fabrication d'un produit cimentaire par le procédé Hatschek.

L'exemple 15 utilise la même fibre de haute ténacité qu'à l'exemple 4.

L'exemple 16 utilise la même fibre qu'à l'exemple 3

On prépare une suspension aqueuse sur la base de la même matrice  
10 qu'aux exemples 3 à 14. Cette suspension est introduite dans la cuve d'une machine Hatschek pour formation d'une pellicule et enroulement sur cylindre format d'une feuille de matériau cimentaire hydraté d'environ 1 mm d'épaisseur. Après découpe, des feuilles de matériau hydraté sont superposées sur une forme pour former des plaques planes ou ondulées possédant une épaisseur de 6 mm.

15 Les plaques sont soumises à des essais mécaniques après 28 jours de cure à l'atmosphère ambiante.

Des éprouvettes de mêmes dimensions qu'aux exemples 3 à 14 sont soumises aux tests de traction dans les mêmes conditions. Les courbes force - déplacement sont d'allure similaire avec un plateau de multifissuration et une  
20 décroissance après déchaussement.

Les valeurs absolues des contraintes de glissement mesurées sont un peu plus faibles que dans les essais 3 et 4, pour des raisons dues à l'orientation des fibres et à la méthode de calcul des contraintes. On observe cependant dans l'exemple 16 une amélioration par rapport à l'exemple 15, avec une contrainte de glissement multipliée par plus de 3, comme on l'avait observé dans les essais de laboratoire des exemples 3 et 4.

15  
**REVENDICATIONS**

1. Fibre de polyoléfine pour le renforcement de produits à base de fibres et d'une masse à prise hydraulique, **caractérisée en ce qu'elle comporte un ensimage porteur d'une fonction d'assistance au fibrage, d'une fonction de mouillabilité de la fibre par la composition de la masse à prise hydraulique, et d'une fonction de promoteur d'adhésion à la masse à prise hydraulique.**
5. Fibre de polyoléfine selon la revendication 1, **caractérisée en ce que l'ensimage comprend un ou plusieurs agents choisi(s) parmi des lubrifiants, des antistatiques, des tensioactifs, des composés à chaîne grasse et des polymères à fonctions polaires.**
10. Fibre de polyoléfine selon la revendication 2, **caractérisée en ce que l'ensimage comprend un polyalkylène glycol ou un dérivé, notamment un ester de polyalkylène glycol dérivé d'acide gras.**
15. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications précédentes, **caractérisée en ce que l'ensimage comprend un composé aminé ou polyaminé, phosphorique ou polyphosphorique, notamment un ester d'acide phosphorique sur base de chaîne grasse.**
20. 5. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications 2 à 4, **caractérisée en ce que l'ensimage comprend un polymère halogéné.**
6. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications 1 à 5, **caractérisée en ce que l'ensimage comprend au moins un produit choisi parmi les produits de marque SILASTOL Cut A et Cut 5B de SCHILL&SEILACHER, SYNTHESIN 7292 de Dr. BOEHME, KB 144/2 de COGNIS, STANTEX S6077 de COGNIS et STANTEX S6087/4 de COGNIS**
25. 7. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications précédentes, **caractérisée en ce que la polyoléfine est du polypropylène.**
8. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications précédentes, **caractérisée en ce que le titre de la fibre de polyoléfine est compris entre 0.5 et 10 dtex.**
30. 9. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications précédentes, **caractérisée en ce que la fibre de polyoléfine a une ténacité d'au moins 4 cN/dtex, de préférence d'au moins 5 cN/dtex.**

10. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications précédentes, **caractérisée en ce que l'ensimage est présent sur la fibre à raison de 0.05 à 5 % en poids de matière sèche par rapport au poids sec de fibre.**

11. Fibre de polyoléfine selon l'une des revendications précédentes, **caractérisée en ce que l'ensimage est appliqué pur ou à partir d'une solution, dispersion ou émulsion aqueuse ou à base d'un autre véhicule liquide adapté.**

5 12. Utilisation d'une fibre selon l'une des revendications précédentes en tant que fibre de renforcement dans un produit à base de fibres et d'une masse à prise hydraulique.

10 13. Produit à base de fibres et d'une masse à prise hydraulique **caractérisé en ce qu'il comprend des fibres de polyoléfine selon l'une des revendications 1 à 11.**

14. Produit selon la revendication 13, **caractérisé en ce qu'il comprend de 0.2 à 5% en poids de fibres de renforcement par rapport au poids total sec de mélange initial.**

15 15. Produit selon la revendication 13 ou 14, **caractérisé en ce qu'il a la forme d'une plaque plane ou ondulée.**

16. Procédé de fabrication d'un produit à base de fibres et d'une masse à prise hydraulique selon l'une des revendications 13 à 15, **caractérisé en ce que l'on prépare un mélange initial à base de liant hydraulique, d'eau et de fibrés, en ce que l'on filtre le mélange sur un support fixe ou en mouvement pour former une feuille élémentaire humide, en ce que l'on superpose une pluralité de feuilles élémentaires pour former un produit intermédiaire humide et en ce que l'on fait sécher le produit intermédiaire humide.**

20 17. Composition pour matériau à prise hydraulique, notamment pour mortier, comprenant un liant hydraulique et des fibres selon l'une des revendications 1 à 11.

25

**DÉPARTEMENT DES BREVETS**

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
 75800 Paris Cedex 08  
 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**BREVET D'INVENTION**
**CERTIFICAT D'UTILITÉ**
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI
**DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1 / 2**
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)
Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire
DB 113 W /260399

<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>		VG8 2002079FR	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		02 16438	
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)			
FIBRE DE RENFORCEMENT EN POLYOLEFINE, UTILISATION ET PRODUITS COMPRÉNANT LA FIBRE			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>			
SAINT-GOBAIN MATERIAUX DE CONSTRUCTION S.A.S. 18 Avenue d'Alsace F-92400 COURBEVOIE FRANCE			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
<b>Nom</b>		DALLIES	
<b>Prénoms</b>		Eric	
<b>Adresse</b>	Rue	266 rue Richelieu	
	Code postal et ville	73490	LA RAVOIRE
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>			
<b>Nom</b>		MORLAT	
<b>Prénoms</b>		Richard	
<b>Adresse</b>	Rue	26 Allée Bayard	
	Code postal et ville	93190	LIVRY-GARGAN
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>			
<b>Nom</b>		POUSSE (Epouse LE GOFF)	
<b>Prénoms</b>		Christelle	
<b>Adresse</b>	Rue	4 Impasse Morlet	
	Code postal et ville	75011	PARIS
<b>Société d'appartenance (facultatif)</b>			
<b>DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>		le 15/12/2003	
Virginie GOLDENBERG Pouvoir N°422-5/S.006			



## DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

## BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235°02

## DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2... / 2...

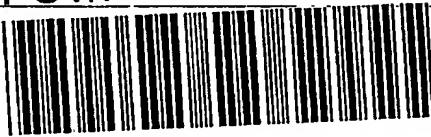
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier <i>(facultatif)</i>	VG8 2002079FR		
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	02 16438		
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
FIBRE DE RENFORCEMENT EN POLYOLEFINE, UTILISATION ET PRODUITS COMPRENNANT LA FIBRE			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
SAINT-GOBAIN MATERIAUX DE CONSTRUCTION S.A.S. 18 Avenue d'Alsace F-92400 COURBEVOIE FRANCE			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» Si il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom CADORET			
Prénoms Gaëlle			
Adresse	Rue	18 Avenue de la Bourdonnais	
	Code postal et ville	75007	PARIS
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) le 15.12.2003			
Virginie GOLDENBERG Pouvoir N°422-5/S.006			

PCT Application  
**PCT/FR2003/003717**



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

**BLACK BORDERS**

**IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

**FADED TEXT OR DRAWING**

**BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

**SKEWED/SLANTED IMAGES**

**COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

**GRAY SCALE DOCUMENTS**

**LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

**REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

**OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**